

氏 名	げんばんるん すかんだかん Ngermbamrung Sukunthakan
学 位 の 種 類	博 士 (工学)
学 位 記 番 号	富理工博甲第 156 号
学位授与年月日	平成 31 年 3 月 26 日
専 攻 名	数理・ヒューマンシステム科学専攻
学位授与の要件	富山大学学位規則第 3 条第 3 項該当
学 位 論 文 題 目	高力 Al-Zn-Mg-Cu 合金の熱間押出加工におけるテアリング発生メカニズムの解明と抑制方法に関する研究 (Research on tearing mechanism and prevention methods for high-strength Al-Zn-Mg-Cu alloys in hot extrusion)
論文審査委員 (委員長)	小熊 規泰 高辻 則夫 松田 健二

学位論文要旨

高力 Al-Zn-Mg-Cu 合金の熱間押出加工におけるテアリング 発生メカニズムの解明と抑制方法に関する研究 (Research on tearing mechanism and prevention methods for high-strength Al-Zn-Mg-Cu alloys in hot extrusion)

数理・ヒューマンシステム科学専攻
ゲンバンルン スカンタカン

7000 系アルミニウム合金は、高強度合金であり、輸送機器や航空宇宙分野で軽量化を目的に多種多様な製品に使用されている。特に、A7075 合金は強度が最も高く、航空機部品やスポーツ用品など幅広い分野でのさらなる応用が期待されているが、変形抵抗が高く、テアリングと呼ばれる表面欠陥が発生しやすいため生産性の低さが問題となっている。

本論文は、難加工アルミニウム合金である 7000 系アルミニウム合金の熱間押出加工におけるテアリング発生メカニズムの解明とその抑制方法の検討を行った研究について記した。

第 1 章では、研究の背景及び Al-Zn-Mg-Cu 合金の押出加工の問題について記述し、それらの内容を踏まえて本研究の目的を設定した。アルミニウム合金の製品は一般的に熱間押出加工などの塑性加工技術を用いて成形されている。しかし、A7075 合金の熱間押出加工では、製品表面にテアリングと呼ばれる割れが発生しやすいため、生産性が低いことが問題となっている。そこで、本研究では、Al-Zn-Mg-Cu 合金の熱間押出加工の生産性の向上を目的に、テアリングメカニズムを明らかにし、その抑制方法を検討した。

第 2 章では、テアリングに及ぼすビレット温度と押出速度の影響として、まず本研究で使用する A7075 合金および押出プレス機など実験条件を記した。熱間押出条件として、押出温度を 425～500℃、速度 0.5～1.5mm/s と変化させ、テアリング発生に関する押出温度と押出速度の押出限界曲線を作成した。押出限界曲線から、テアリングは高温・高速度条件で発生することが分かった。

第 3 章では、テアリングの破面と押残り材の組織観察からテアリング発生メカニズムを考察した。テアリング破面の観察結果から、き裂は押出材の端部から中央部の方向に伝播していることが分かった。したがって、結晶粒界破壊と呼ばれるき裂の伝播は粒界に沿った破壊である。加えて、凝固割れを観察し、破面には、Micro-solid bridge が観察された。Micro-solid bridge の EDS 分析から A7075 合金の成分が溶けた押出材表面が成形中の摩擦などの加工発熱によって局所的に熔融したことが分かった。A7075 合金のような Al-Zn-Mg-Cu 合金で亜鉛を含んだ金属間化合物は、不溶性金属間化合物の $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 、可溶性金属間化合物の MgZn_2 と Al_2CuMg である。TEM にてより詳細なマイクロ組織観察を行った結果、テアリング近傍の粒界および粒内に MgZn_2 相の析出が観察された。初期き裂の近傍では結晶粒が粗大で、 MgZn_2 相の大きさは 150nm 程度であった。

押出材およびコンテナ内部に残った押残り材の組織観察を行った。押出材を組織観察する

と、テアリングのない押出材端部では、繊維状の結晶組織となっており、これは押出材中央部の組織と同じ状態となった。一方で、テアリングが発生した押出材端部は加工発熱の影響によって再結晶を起こしており、結晶粒の粗大化が観察された。また、結晶粒の粗大化はき裂の伝播した箇所までの範囲で発生しており、テアリングの発生には押出材表面結晶粒の影響が大きいことが分かった。テアリングの近傍と遠方を WDS 分析すると、Al-Zn-Mg-Cu 合金の添加元素である亜鉛がテアリング近傍の再結晶組織で偏析していることが分かった。テアリング遠方の繊維状の結晶組織では亜鉛の偏析は観察されず、結晶粒の粗大化によって粒界に金属間化合物が偏在することが分かった。

押出温度 500℃でのダイスベアリング部の温度測定の結果により、ダイスベアリング部の温度は約 463℃であり、 MgZn_2 の化合物の溶融点の近くであることが分かった。また、押出温度 450℃の時のベアリング部における組織観察結果から、押出温度 500℃の場合、再表面に再結晶粒が観察され、結晶粒も 450℃の結晶組織に比べ粗大であった。加えて、450℃の結晶組織はひずみが蓄積された微細な組織となった。

以上から、テアリングの発生メカニズムについて考察した。熱間押出中にダイスベアリング部で発生する加工発熱によって、押出材の端部の結晶粒が再結晶を起こす。粗大化した結晶粒の粒界に偏析した可溶性の金属間化合物が局部的に溶融することで表面端部に初期のき裂が発生する。そこに押出加工で発生する引張応力が加わり割れが大きくなると考えられる。またその抑制方法として、加工発熱による表面結晶粒の再結晶と成形中の摩擦の影響を防ぐためにビレットの添加元素、ダイス表面性状に着目する必要がある。

第 4 章では、ダイス表面性状がテアリングに及ぼす影響について、ダイス表面にコーティングを施すことで成形中の摩擦の低減を図った。ダイス表面に AlCrN, TiAlN, DLC の 3 種類のコーティングを被膜し、Nitriding ダイスとそれぞれの押出材のテアリングの大きさを比較した。AlCrN を施したダイスでの押出材のテアリングの大きさが Nitriding ダイスでの押出材のテアリングよりも小さくなり、AlCrN は成形中の摩擦を低減し、加工発熱を抑制することが分かった。テアリング深さの比較から、AlCrN ダイス表面は他のコーティングよりも滑らかであることが分かった。そのため、滑らかな表面で引張応力を減少することが分かった。

第 5 章では、ビレット添加元素がテアリングに及ぼす影響について、A7075 合金と同じ 4 元系の Al-Zn-Mg-Cu 合金を開発し、それぞれのテアリング発生挙動の比較を行った。ビレット添加元素として、ビレットの再結晶を防ぐためにジルコニウム (Zr) の結晶粒の微細化に寄与する元素を加え、金属間化合物を構成する Cu, Mg, Fe の添加量を減少させた Al-Zn-Mg-Cu 合金を開発した。開発した合金と A7075 合金の押出限界曲線を比較すると、開発合金の押出限界曲線は A7075 の押出限界曲線に比べて大きく向上した。このことから、結晶粒微細化に寄与する元素を添加すること、金属間化合物を構成する添加元素の量を減らすことはテアリングの抑制に有効であった。

第 6 章では、第 1 章から第 5 章までで得られた主要な知見をまとめて、本論文の結論とした。

【学位論文審査の結果の要旨】

当博士学位論文審査委員会は、当該論文を詳細に査読し、かつ公開による論文発表会を平成 31 年 1 月 25 日（金）に実施し、詳細な質疑と応答ならびに最終審査を行った。以下に、審査結果を要約する。

7000 系アルミニウム合金は、高強度合金であり、輸送機器や航空宇宙分野で軽量化を目的に多種多様な製品に使用されているが、変形抵抗が高く、テアリングと呼ばれる表面欠陥が発生しやすいため生産性の低さが問題となっている。

本論文は、難加工 7000 系アルミニウム合金の熱間押出加工におけるテアリング発生メカニズムの解明とその抑制方法の検討を行い、その成果をまとめたものである。

本学位論文は、6 章から構成されている。各章の要旨は、以下の通りである。

第 1 章では、研究の背景及び Al-Zn-Mg-Cu 合金の押出加工の問題について記述し、それらの内容を踏まえて本研究の目的を設定した。アルミニウム合金の製品は一般的に熱間押出加工などの塑性加工技術を用いて成形されている。しかし、A7075 合金の熱間押出加工では、製品表面にテアリングと呼ばれる割れが発生しやすいため、生産性が低いことが問題となっている。そこで、本研究では、Al-Zn-Mg-Cu 合金の熱間押出加工の生産性の向上を目的に、テアリングメカニズムを明らかにし、その抑制方法を検討した。

第 2 章では、テアリングに及ぼすビレット温度と押出速度の影響として、まず本研究で使用する A7075 合金および押出プレス機など実験条件を記した。熱間押出条件として押出温度を 425～500℃、速度 0.5～1.5mm/s と変化させ、テアリング発生に関する押出温度と押出速度の押出限界曲線を作成した。押出限界曲線から、テアリングは高温・高速度条件で発生することが分かった。

第 3 章では、テアリングの破面と押残り材の組織観察からテアリング発生メカニズムを考察した。テアリング破面の観察結果から、き裂は押出材の端部から中央部の方向に伝播していることが分かった。したがって、結晶粒界破壊と呼ばれるき裂の伝播は粒界に沿った破壊である。加えて、凝固割れを観察し、破面には、Micro-solid bridge が観察された。Micro-solid bridge の EDS 分析から A7075 合金の成分が溶けた押出材表面が成形中の摩擦などの加工発熱によって局所的に熔融したことが分かった。A7075 合金のような Al-Zn-Mg-Cu 合金で亜鉛を含んだ金属間化合物は、不溶性金属間化合物の $\text{Al}_7\text{Cu}_2\text{Fe}$ 、可溶性金属間化合物の MgZn_2 と Al_2CuMg である。TEM にてより詳細なミクロ組織観察を行った結果、テアリング近傍の粒界および粒内に MgZn_2 相の析出が観察された。初期き裂の近傍では結晶粒が粗大で、 MgZn_2 相の大きさは 150nm 程度であった。

押出材を組織観察すると、テアリングのない押出材端部では、繊維状の結晶組織となっており、これは押出材中央部の組織と同じ状態となった。一方で、テアリングが発生した押出材端部は加工発熱の影響によって再結晶を起こしており、結晶粒の粗大化が観察された。また、結晶粒の粗大化はき裂の伝播した箇所までの範囲で発生しており、テアリングの発生には押出材表面結晶粒の影響が大きいことが分かった。テアリングの近傍と遠方を WDS 分析すると、Al-Zn-Mg-Cu 合金の添加元素である亜鉛がテアリング近傍の再結晶組織で偏析していることが分かった。テアリング遠方の繊維状の結晶組織で

は亜鉛の偏析は観察されず、結晶粒の粗大化によって粒界に金属間化合物が偏在することが分かった。

押出温度 500℃でのダイスベアリング部の温度測定の結果により、ダイスベアリング部の温度は約 463℃であり、 MgZn_2 の化合物の溶融点の近くであることが分かった。また、押出温度 450℃の時のベアリング部における組織観察結果から、押出温度 500℃の場合、再表面に再結晶粒が観察され、結晶粒も 450℃の結晶組織に比べ粗大であった。加えて、450℃の結晶組織はひずみが蓄積された微細な組織となった。

以上から、テアリングの発生メカニズムについて考察した。熱間押出中にダイスベアリング部で発生する加工発熱によって、押出材の端部の結晶粒が再結晶を起こす。粗大化した結晶粒の粒界に偏析した可溶性の金属間化合物が局部的に溶融することで表面端部に初期のき裂が発生する。そこに押出加工で発生する引張応力が加わり割れが大きくなると考えられる。また、その抑制方法として、加工発熱による表面結晶粒の再結晶と成形中の摩擦の影響を防ぐためにビレットの添加元素、ダイス表面性状に着目する必要がある。

第 4 章では、ダイス表面性状がテアリングに及ぼす影響について、ダイス表面にコーティングを施すことで成形中の摩擦の低減を図った。ダイス表面に AlCrN , TiAlN , DLC の 3 種類のコーティングを被膜し、Nitriding ダイスとそれぞれの押出材のテアリングの大きさを比較した。 AlCrN を施したダイスでの押出材のテアリングの大きさが Nitriding ダイスでの押出材のテアリングよりも小さくなり、 AlCrN は成形中の摩擦を低減し、加工発熱を抑制できることが分かった。テアリング深さの比較から、 AlCrN ダイス表面は他のコーティングよりも滑らかであることが分かった。そのため、滑らかな表面で引張応力を減少することが分かった。

第 5 章では、ビレット添加元素がテアリングに及ぼす影響について、A7075 合金と同じ 4 元系の Al-Zn-Mg-Cu 合金を開発し、それぞれのテアリング発生挙動の比較を行った。ビレット添加元素として、ビレットの再結晶を防ぐためにジルコニウム (Zr) の結晶粒の微細化に寄与する元素を加え、金属間化合物を構成する Cu , Mg , Fe の添加量を減少させた Al-Zn-Mg-Cu 合金を開発した。開発した合金と A7075 合金の押出限界曲線を比較すると、開発合金の押出限界曲線は A7075 の押出限界曲線に比べて大きく向上した。このことから、結晶粒微細化に寄与する元素を添加すること、金属間化合物を構成する添加元素の量を減らすことはテアリングの抑制に有効であった。

第 6 章では、第 1 章から第 5 章までで得られた主要な知見をまとめて、本論文の結論とした。

以上のように本論文は、テアリングの破面と押残り材の組織の詳細な観察と分析から、熱間押出中にダイスベアリング部で発生する加工発熱によって、押出材の端部の結晶粒が再結晶を起こし、粗大化した結晶粒の粒界に偏析した可溶性の金属間化合物が局部的に溶融することで表面端部に初期のき裂が発生し、そこに押出加工で発生する引張応力が加わり、テアリングが発生することを明らかにした。

これらの研究成果には高い工学的価値と工業的価値が認められ、当博士論文審査委員会は本申請論文が博士 (工学) の学位を授与するに値するものと認め、合格と判定した。